

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-104459  
 (43)Date of publication of application : 17.04.1990

(51)Int.Cl.

 B22D 17/20  
 B22D 18/02  
 C04B 35/58

(21)Application number : 63-251913

(71)Applicant : NIPPON LIGHT METAL CO LTD

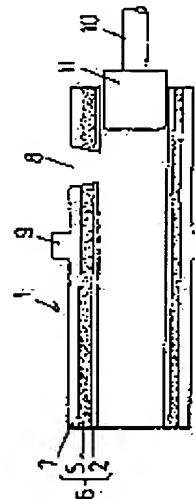
(22)Date of filing : 07.10.1988

 (72)Inventor : SAITO MASAO  
 ASAHARA SHOJI  
 TAKADA KOICHI

**(54) INJECTION MOLDING SLEEVE OF MOLTEN METAL**
**(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To improve wear resistance, molten metal resistance and heat insulating characteristic by forming the innermost cylinder of our injection molding sleeve of dense type silicon nitride ceramics which are specified in a fracture toughness value and theoretical density ratio and forming the intermediate layer of porous silicon nitride ceramics specified in thermoelectrical conductivity.

**CONSTITUTION:** The innermost cylinder 2 of the injection molding sleeve 1 for a molten metal is formed of the dense type silicon nitride ceramics which contains 1 to 5pts.wt. Ti or Ti compsn. in terms of Ti per 100pts. silicon nitride and has  $\geq$  25kg/mm<sup>3</sup>/2 fracture toughness value and  $\geq$  95% theoretical density ratio. The intermediate cylinder 7 is formed of the porous silicon nitride ceramics which contains 3 to 40pts.vol. aSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fibers and  $\beta$ -SiC fibers having 0.2 to 5 $\mu$ m wire diameter and 5 to 50 $\mu$ m length per 100 true pts.vol. and has  $\leq$  5 Kcal/mh° C thermoelectrical conductivity. The outermost cylinder 5 is shrinkage- fitted to the intermediate cylinder 7 to produce the composite ceramics cylinder. The innermost cylinder 2 and the intermediate cylinder 5 are hardly shifted from each other and are hardly cracked in this way, by which the composite ceramics cylinder having the high structural strength is obtd.



**BEST AVAILABLE COPY**

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) 1998,2003 Japan Patent Office

## ⑫ 公開特許公報 (A)

平2-104459

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>B 22 D 17/20  
18/02  
C 04 B 35/58

識別記号

F  
102

府内整理番号

6411-4E  
8414-4E  
7412-4G

⑭ 公開 平成2年(1990)4月17日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全7頁)

⑮ 発明の名称 溶融金属の射出成形スリーブ

⑯ 特願 昭63-251913

⑰ 出願 昭63(1988)10月7日

⑱ 発明者 斎藤 真佐旺

静岡県庵原郡蒲原町1丁目34番1号 株式会社日軽技研内

⑲ 発明者 朝原 捷治

静岡県庵原郡蒲原町1丁目34番1号 株式会社日軽技研内

⑳ 発明者 高田 紘一

静岡県庵原郡蒲原町1丁目34番1号 株式会社日軽技研内

㉑ 出願人 日本軽金属株式会社

東京都港区三田3丁目13番12号

## 明細書

## 1. 発明の名称

溶融金属の射出成形スリーブ

## 2. 特許請求の範囲

1. 密密質セラミックス製の最内筒と、その外周にあって該最内筒と共に窒化焼結された多孔質セラミックス製の中間筒とからなる複合セラミックス円筒を鋼製の最外筒で拘持した三重構造の溶融金属の射出成形スリーブにおいて、最内筒が、窒化珪素10.0重量部に対してチタンに換算して1~5重量部のチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンを含有し、破壊強度値が $25\text{kg}/\text{mm}^{3/2}$ 以上、理論密度比が9.5%以上の緻密質窒化珪素セラミックス製であり、中間筒が容積100部に対し線径0.2~5μm、長さ5~50μmのα-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>繊維および/またはβ-SiC繊維を3~40容積部含有する、熱電効率kが5kcal/kg/h以下以下の多孔質窒化珪素セラミックス製であることを特徴とする溶融金属の射出成形スリーブ。

2. 最内筒の表面部におけるチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンの含有量が、該最内筒の他の部分における量よりもチタン換算で多く含有し、かつその量がチタン換算で10重量部以下であることを特徴とする請求項1記載の溶融金属の射出成形スリーブ。

3. 最内筒の端部が中間筒の端部を覆って成ることを特徴とする請求項1または2記載の溶融金属の射出成形スリーブ。

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明は溶湯鍛造装置や、ダイカスト装置に装着される耐摩耗性、耐溶滲性、断熱性、易焼成性および構造強度に優れた溶融金属の射出成形スリーブに関する。

## (従来の技術)

溶湯鍛造装置またはダイカスト装置に装着される溶融金属の射出成形スリーブの内面は高温の溶融金属による溶食が生じまたスリーブ内の溶融金属を射出するプランジャー・チップがスリーブ内を

摺動して摩耗が生ずる。

例えばダイカスト装置の射出成形スリーブにはプランジャー・チップとスリーブ内面間のクリアランスを適正値に保ち、上記溶食や摩耗によりスリーブ内面が損傷することを防止するために、例えばSKD61のような水冷を施した熱間ダイス鋼が使用されている。しかしながら上記熱間ダイス鋼では断熱性に劣り、しかも水冷を施しているため一部の溶湯がスリーブ内で凝固相を生成し、射出成形に際して、凝固相の破断片が铸物内に混入し強度の低下やバラツキを招来している。これを回避するため溶湯の温度を高め、鋳造圧力を増大させているが、これらの施策はスリーブの溶食を促進し、プランジャーの安定した摺動を妨げ、スリーブの耐用期間を短かくし、省エネルギーの観点からも著しく不利である。

近年スリーブ内面における耐摩耗性、耐食性および断熱性を向上させる方法として、鋼製スリーブ内にセラミックス製円筒を設けることが提案されている。

スリーブを三重構造とし、最内筒に緻密質窒化珪素、中間筒に多孔質窒化珪素、最外筒に焼嵌めた鋼製筒としたスリーブを作成し、ダイカスト鋳造したところ、上述したような欠点は解決されたものの十分でなく、しかも新たに次のような問題点が生じた。すなわち焼嵌め等による拘持力を強くすると中間筒が割れること。射出成形に際して最内筒がずれ、スリーブの製品側端部に剝離が生じ、铸物内に剝離片が混入し、ハーディスポットの原因になり被削性を妨げること。また上記のずれによって、最内筒と中間筒の間に間隙を生じ、射出による衝撃によって最内筒に微割れを生じ、溶湯が浸入し、プランジャーの安定な摺動を妨げる。

本発明の目的は、耐摩耗性、耐溶湯性、断熱性が良好でしかも焼嵌め、割れの生じにくい易焼嵌性および最内筒と中間筒がずれにくく、割れにくい構造強度に優れた射出成形スリーブを提供することにある。

(課題を解決するための手段)

発明者らは、上述の欠点を解決するために多數

例えば特開昭62-289358には緻密質窒化珪素またはサイアロンを内筒とした射出成形スリーブが提案されている。この射出成形スリーブは緻密質セラミックスを内筒としているので耐摩耗性および耐食性の向上は図れるが、緻密質窒化珪素およびサイアロンは熱伝導率が比較的高く、十分な断熱効果を得たせるためには厚くする必要があり、大幅なコストアップになる。また厚さを薄くした場合には一部の溶湯がスリーブ内で凝固相を生成し、铸物内に混入し強度の低下およびバラツキを解決し得ない。また特開昭60-180963には反応焼結窒化珪素のサーメットを内筒とした射出成形スリーブが提案されている。この射出成形スリーブは反応焼結窒化珪素が多孔質であるために断熱性に顯著な効果があるが、溶湯を射出成形する際に、成形圧力が800kg/cm<sup>2</sup>となるとスリーブ内面の微細孔に溶湯が浸透し、セラミックスの組織劣化が生じプランジャーの安定した摺動を妨げる。

(発明が解決しようとする課題)

このようなことから発明者らは、射出成形スリ

の実験を試みた結果、射出成形スリーブを三重構造とし、最内筒をチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンを含有した緻密質窒化珪素セラミックスとし、さらに好ましくは該最内筒の表層部におけるチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンの含有量がチタンに換算して該最内筒の他の部分における量よりも多く含有する窒化珪素セラミックスとし、その外周に $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>および/または $\beta$ -SiC短纖維を含有した金属珪素を形成し、窒化焼結して多孔質窒化珪素セラミックス中間筒とした複合セラミックス円筒は、最内筒および中間筒の接合面の結合力に優れ、射出成形においてずれることなく、また中間筒は剛性に優れ、しかも複合セラミックス円筒に最外筒の鋼製筒を焼嵌めたときに破壊しにくい知見を得て本発明を完成したものである。すなわち本発明は最内筒が窒化珪素100重量部に対してチタンに換算して1~5重量部のチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンを含有し、好ましくはその量が他の部分におけるよりも表層部に多く含

有する破壊韧性値  $K_{Ic}$  が  $2.5 \text{ kg/mm}^{3/2}$  以上、理論密度比が 95% 以上の緻密質窒化珪素セラミックスであり、中間筒が最内筒の外周に金属珪素からなる円筒を形成して窒化焼結した焼結体であって、該焼結体中に線径  $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ 、長さ  $5 \sim 50 \mu\text{m}$  の  $\alpha-\text{Si}_3\text{N}_4$  織維および／または  $\beta-\text{SiC}$  織維を該焼結体の真容積 100 部に対して 3 ~ 40 部含有する熱伝導率  $k$  が  $5 \text{ kcal}/\text{mh}^2$  以下の多孔質窒化珪素セラミックスである複合セラミックス円筒を鋼製筒で拘持したことを特徴とする溶融金属の射出成形スリーブである。

## (作用)

最内筒は破壊韧性値  $K_{Ic}$   $2.5 \text{ kg/mm}^{3/2}$  以上、理論密度比（アルキメデス法による）95% 以上の緻密質窒化珪素セラミックスとすることによって射出成形時の衝撃力に対する破壊抵抗を顕著に増大し、さらにブランジャーの摺動を妨げる微割れの発生および溶融金属の最内筒内面への浸入を防ぎ、溶融金属射出および加圧時の溶融金属加圧力を高める。破壊韧性値  $K_{Ic}$   $2.5 \text{ kg/mm}^{3/2}$  およ

び理論密度比が上記値以下では上記効果を奏し得ない。

最内筒に、窒化珪素 100 重量部に対してチタンに換算して 1 ~ 5 重量部のチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンを含有させるのは、最内筒の破壊韧性値を高め、かつ最内筒と多孔質窒化珪素セラミックスからなる中間筒の界面接合力を高めて射出成形時の最内筒のずれを防ぎ、中間筒の剥離および最内筒と中間筒の間に間隙の生ずるのを防いで、ハードスポット発生による誘物の被削性の低下、最内筒の微割れによるブランジャーの摺動性の低下を防止するためであって、その量が 1 重量部以下では上記効果を得られず、5 重量部以上では、最内筒の焼結時に異常に大きい収縮を生じ形状をゆがめ健全な筒が得られない。

また、最内筒の表面部におけるチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンの含有量を、チタンに換算して該最内筒の他の部分よりも多く含有させることによって、中間筒との界面接合力を一層高めることができるが、その量が窒化珪素

100 重量部に対して 10 重量部以上となると、最内筒の焼結時に大きな割れが発生し、最内筒と中間筒の大きな界面接合力が得られない。この表面部の厚さは  $1.0 \mu\text{m}$  程度から界面接合力向上の効果が顕在化し、 $0.5 \mu\text{m}$  以上の厚さとしても著しい効果の向上はみられない。ことに 10 重量部含有させた場合は 2 以上とすると焼結時割れが発生し中間筒との大きな界面接合力が得られない。

中間筒は熱伝導率  $k$  が  $5 \text{ kcal}/\text{mh}^2$  以下の多孔質セラミックスとすることによって断熱性を高め、射出成形時溶融金属がスリーブ内で凝固相を生成するのを防ぎ、誘物強度の低下やバラツキの生ずるのを解消する。中間筒の多孔質セラミックス内に線径  $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ 、長さ  $5 \sim 50 \mu\text{m}$  の  $\alpha-\text{Si}_3\text{N}_4$  織維および／または  $\beta-\text{SiC}$  織維を中間筒の真容積 100 部に対し 3 ~ 40 部含有させるのは、このような  $\alpha-\text{Si}_3\text{N}_4$  織維および  $\beta-\text{SiC}$  織維のみが数多くあるマトリックス強化材の中でマトリックスを劣化せずに、マトリックスのたわみ量を大きくでき、焼成めまたは鋸ぐるみの際の

強力な拘持力もしくは他の熱的、機械的応力に対する破壊韧性を中間筒に付与できるからである。他の分散強化材として例えば粒状のものではたわみ量を大きくできず、またアルミナ織維、炭素織維はマトリックスと反応し、マトリックスの強度を低下させて適さない。

すなわち上記の条件を満足する織維のみが、中間筒に可搬性を付与し、鋼製の最外筒によって強力な拘持力を与えても中間筒のたわみ量が大きく破壊しないようにできる。ここで線径、長さ、配合量のいずれか 1 項が下限値以下となれば効果を奏し得ない。また線径が上限値以上となると、応力集中のため破壊の起点となる。また長さが上限値以上となると分散不良となり、また配合量が上限値以上となるとマトリックスの相対的割合が少なくなつて強度を低下し、いずれにしても上記効果を奏し得ず、本発明に係る射出成形スリーブの中間筒になり得ない。好ましい短織維の含有量は  $5 \sim 20$  部である。また中間筒はたわみ量が大きいことから、この中間筒に内接する最内筒はそれ

自身に韧性が必要で、そのためにスリープとして使用できるには破壊韧性値  $K_{Ic}$  が  $2.5 \text{ kg/cm}^{3/2}$  以上必要である。

次に本発明に係る射出成形スリープの好ましい製造法の一例を述べる。窒化珪素 100 重量部に対してチタンに換算して 1 ~ 5 重量部のチタン化合物またはチタン化合物および金属チタンを含有する破壊韧性値  $K_{Ic}$  が  $2.5 \text{ kg/cm}^{3/2}$  以上で、理論密度比 9.5% 以上の緻密質窒化珪素セラミックスは、まず窒化珪素 100 重量部に対し、焼結助剤としてアルミナ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) を 1 ~ 5 重量部、イットリア ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) を 2.5 ~ 1.0 重量部含有し、さらにチタンに換算して 1 ~ 5 重量部のチタン化合物（酸化チタン、塩化チタン、窒化チタン等）またはチタン化合物および金属チタンを含有した粉体を泥じょう化する。この場合使用する窒化珪素の大きさは  $2 \mu\text{m}$  以下で 50% 平均径が  $0.6 \mu\text{m}$  以下、アルミナの大きさは  $6 \mu\text{m}$  以下、イットリアの大きさは  $3 \mu\text{m}$  以下、金属チタンの大きさは  $20 \mu\text{m}$  以下で平均径が  $7 \mu\text{m}$  以下、チタン

化合物の大きさは  $3 \mu\text{m}$  以下であることが必要である。粗粒であると破壊韧性値  $K_{Ic}$  が  $2.5 \text{ kg/cm}^{3/2}$  以上上の緻密質窒化珪素セラミックスが得られない。この泥じょうを石こう鋳型に鋳込んで成形体を得、成形体を  $0.1 \sim 1.0 \text{ mm}$  の酸窒化珪素、窒化珪素およびカーボンの混合埋粉中で  $1200^\circ\text{C}$  から  $1500^\circ\text{C}$  まで減圧を繰り返しながら昇温し、最高加熱温度  $1700 \sim 1800^\circ\text{C}$  まで  $50^\circ\text{C}/\text{hr}$  以下の速度、 $3.0 \text{ kg/cm}^2$  以下の窒素圧力下で昇温したのち、該温度で 3 時間以上焼結することによって得られる。この焼結によって金属チタンおよび／またはチタン化合物はほとんど窒化され、この窒化チタンおよびわずかに残った金属チタンが焼結過程でおきる窒化珪素の品出、析出あるいは成長の起点となって、窒化珪素柱状品の三次元的な成長を促進し、破壊韧性を高めるものと思われる。

次にこのようにして焼結した最内筒の外周にあって、反応焼結窒化珪素の真容積 100 部に対して、線径  $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ 、長さ  $5 \sim 50 \mu\text{m}$  の  $\alpha-\text{Si}_3\text{N}_4$

$\text{Si}_3\text{N}_4$  織維および／または  $\beta-\text{SiC}$  織維を  $3 \sim 40$  部含有する熱伝導率  $5 \text{ kcal}/\text{mh}^\circ\text{C}$  以下の多孔質セラミックスは、純度 9.8% (不純物として Fe、Mn 等を 2% 以下含有する) 以上の粒度  $7.4 \mu\text{m}$  以下の珪素粉 100 容積部に対して線径  $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ 、長さ  $5 \sim 100 \mu\text{m}$  の  $\alpha-\text{Si}_3\text{N}_4$  織維および／または  $\beta-\text{SiC}$  織維を  $3 \sim 40$  部好ましくは  $5 \sim 20$  部混合泥じょう化し、乾燥解碎したのち、最内筒と多孔質成形用円筒鋳型の間に振動加圧力  $7.0 \text{ kg}$ 、振幅  $2 \text{ mm}$  で  $1.5 \sim 3.0$  分間振動充填し、窒素雰囲気中で  $1400 \sim 1450^\circ\text{C}$  で  $2 \sim 4$  時間以上窒化焼結することにより得ることができる。この長さ  $5 \sim 100 \mu\text{m}$  の織維は混合泥じょう化および解碎工程で  $5 \sim 50 \mu\text{m}$  の長さに切断されこの長さの織維が窒化焼結後の焼結体中に含有される。この窒化焼結過程で最内筒表面部に存在する窒化チタンおよびわずかの金属チタンが珪素蒸気と窒素と反応して析出する窒化珪素成長起点となり、成長した窒化珪素が金属珪素の窒化した粒子と架橋し、最内筒と中間筒の界面結合力

を向上させるものと思われる。また、一層の界面結合力を必要とする場合は、上記の最内筒成中の金属チタンおよび／またはチタン化合物含有量の高い泥じょうを別途用意し、これを上記石こう型の内面に  $1.0 \mu\text{m}$  以上好ましくは  $0.1 \sim 0.5 \text{ mm}$  塗布した後、上述のように該石こう型内に最内筒の泥じょうを鋳込むと最内筒の表面部に金属チタンおよび／またはチタン化合物の含有量の多い層を形成することができ、このものを上述のように焼結後複合円筒とし窒化焼結すると、上述した機構により窒化珪素の成長起点分布量が多くなり、架橋効果が増大して最内筒と中間筒界面の接着力が一層向上するものと思われる。この界面の接着力によって射出成形に際して最内筒のずれが生じないものと考えられる。この複合セラミックス円筒は、常法によって鋳型の最外筒で拘束する。

#### (実施例)

第 1 図、第 2 図、第 3 図および第 4 図は本発明に係る溶融金属の射出用スリープの構造を模式的に例示する縦断面図で 1 は射出スリープ 2 は緻密

質密化珪素セラミックス製の最内筒、該最内筒は組成的に3および4に分けられ、3は最内筒2の表層部、4は最内筒2から裏層部3を除いた部分、5は中間筒、6は最内筒と中間筒を焼結結合した複合セラミックス円筒、7は複合セラミックス円筒に焼嵌めた鋼製の最外筒、8は溶融金属の供給口、9は鋳造装置に嵌合する取付フランジ、10はブランジャー、11はブランジャーのチップ、12は中間筒5のずれ防止フランジである。

## (実施例1)

次に第1図および第4図に示す形状のスリーブを以下に示す条件で製造した。

## 最内筒の組成割合および成形:

珪化珪素（粒径2μm以下、平均径0.6μm）100重量部に対して、焼結助剤としてアルミニウム（粒径5μm以下、平均径0.9μm）2.5重量部、イットリア（粒径2μm以下、平均径0.6μm）5重量部、酸化チタン（粒径3μm以下、平均径0.6μm）2.5重量部（金属チタンに換算して）、金属チタン（粒径20μm以

下、平均径7μm以下）0.5重量部を添加し、これを混合し、純水30重量部加えて泥じょう化し、石こう型に詰込んで成形体を得た。

## 最内筒の焼成:

乾燥炉で十分に（最高105℃で3日間）乾燥した後、大きさ0.1～1.0mmの酸化珪素、珪化珪素およびカーボンを重量比で3.5:6.5:10の混合粉中に埋設し、真空5分、1.5kg/cm<sup>2</sup>の窒素加圧5.5分のサイクルで減圧を施しながら1200℃から200℃/hrの昇温速度で1500℃まで加熱し、2.5kg/cm<sup>2</sup>の窒素雰囲気中で1500℃から同昇温速度で1760℃まで加熱し、該温度に到達後3時間加熱焼成した。得られた焼結体の破壊韧性値K<sub>IC</sub>は2.9kg/mm<sup>3/2</sup>、理論密度比は99%であった。

## 中間筒の組成割合:

74μm以下の金属珪素100容積部に対して線径2～5μm長さ20～70μmのα-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>繊維10容積部、線径0.2～3μm長さ3

0～100μmのβ-SiC繊維2容積部を混合して混合粉体とした。

## 複合セラミックス円筒の成形順序および焼成:

上記最内筒の外側に黒鉛製鋳型を設け、その間に上記混合粉体を振動力70kgで振動供給し、圧粉成形した。この複合円筒を窒素ガス雰囲気中で1400～1450℃で4.8時間加熱して、窒化焼結し複合セラミック円筒を得た。中間筒の非線形破壊韧性値J<sub>IC</sub>は0.02kgf/mm、最内筒と中間筒の界面結合力は1.5kg/mm<sup>2</sup>であった。また焼結体中の繊維の寸法を顕微鏡で測定したところ、線径0.2～5μm、長さ8～50μm程度であった。

## 最外筒の嵌合および研磨:

複合セラミックス円筒の外側を研磨して面粗度R<sub>max</sub>10μm以下に仕上げ内面をホーニング加工したS50C鋼製円筒を500℃に加熱して焼嵌めた。焼嵌め後最内筒2の内面、端面、供給口8を平滑に研磨し、とくに内面は面粗度R<sub>max</sub>0.5μmに仕上げた。

## 仕上り品の寸法

第1表の如くであった。

第1表

	内径mm	外径mm	長さmm
最内筒2	60.00	68.05	435
中間筒5	68.05	80.00	435
最外筒7	80.00	100.00	435

嵌合状態調べるために、製造したもののうち夫々の形状のスリーブ10本を最外筒を再加熱してはずし、複合セラミックス円筒を観察したところ微小な割れも発生しておらず、きわめて良好な嵌合状態を示すことが判った。他の夫々10本のスリーブを用いて下に示す条件でダイカスト鋳造した。

合 金 種 ADC12

溶 液 温 度 650℃

鋳 造 壓 力 1050kg/cm<sup>2</sup>

サイクルタイム 40秒

25,000ショット鋳造したところで、スリーブの

内面、端面の観察をしたところ、微割れ、剥離、それが認められず長期にわたって鋳造できることが判った。また鋳物を切削加工したが、セラミックスの剥離混入に因ると思われるハーディスポットの発生はなかった。鋳物のミクロ組織を観察したところ、溶浴の凝固相の混入による異常組織は見られず、中間筒の断熱効果が顯著であることが判った。また鋳物の機械的性質も3点曲げ法による破断荷重が平均値で $3.2 \text{ kgf/mm}^2$ 、変動係数7%であり、健全な鋳物の得られることが判った。

## (実施例2)

第2図および第3図に示す形状のスリープを以下に示す条件で製造した。実施例1における最内筒用組成物のうち、酸化チタンの含有量を窒化珪素100重量部に対して金属チタンに換算して7重量部、金属チタンの含有量を1.5重量部とした泥じょうを別途用意し、この泥じょうを石こう型の内面に0.2mmの厚さで塗布し、次に実施例1と同様にして、最内筒用泥じょうの詰込み、焼成、中間筒の成形、焼成、研削、焼嵌を行った。

焼結方法は実施例1と同じとした。中間筒の組成割合は実施例1に示すものと同一とし、繊維の寸法を以下に示すものとした。すなわち $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 繊維を線径1.0μm、長さ20~50μmとし、 $\beta\text{-SiC}$ 繊維を線径9μm、長さ30~50μmとした。なお複合セラミックス円筒の成形順序、焼結方法および仕上げ寸法は実施例1と同一とした。この場合中間筒のみの非線形破壊韧性値 $J_{Ic}$ は $0.005 \text{ kg/mm}^{3/2}$ であって実施例1のものより低いことが判った。最外筒の焼嵌めに関しては実施例1と同様の方法をとったが、焼嵌め状態を調べるために最外筒を再加熱してはすし、複合セラミックス円筒を観察したところ10本中7本に割れが発生しており、可燃性の不足により高温焼嵌めのしにくいことが判った。

## (比較例2)

最内筒に含有する窒化チタンの効果および構造強度を確認するために次の実験を行った。第1図および第4図に示す形状のスリープを以下に示す条件で製造した。最内筒の組成割合、成形順序、

最内筒と中間筒の界面結合力は $1.8 \text{ kg/mm}^2$ であった。

次に、夫々の形状のスリープ5本を用いて、実施例1と同一条件でダイカスト鋳造した。25,000ショット鋳造したところで、スリープの内面、端面の観察をしたところ、微割れ、剥離、それが認められず、長期にわたって鋳造できることが判った。また、鋳物を切削加工したが、実施例1と同様にセラミックスの剥離混入に因ると思われるハーディスポットの発生はなかった。

また鋳物のミクロ組織の観察および機械的性質を測定したがいずれのものも実施例1と同様に異常組織は見られず、破断荷重が平均値で $3.2 \text{ kgf/mm}^2$ 、変動係数7%であり健全な鋳物の得られることが判った。

## (比較例1)

中間筒に含有する短纖維の効果を確認するために次のような実験を行った。

第1図に示す形状のスリープを以下に示す条件で製造した。最内筒の組成割合、成形順序および

および焼成方法は酸化チタンおよび金属チタンを焼結助剤から除き、他は全て実施例1と同一とした。このものの破壊韧性値 $K_{Ic}$ が $1.8 \text{ kg/mm}^{3/2}$ 、理論密度比99%であった。中間筒の組成割合は実施例1と同一とした。また複合セラミックス円筒の成形順序、焼成方法および仕上げ寸法は実施例1と同一とした。最内筒と中間筒の界面結合力は $5 \text{ kg/mm}^2$ であり窒化チタンを含有していない最内筒と中間筒の界面結合力は低いことが判る。嵌合状態を調べるために最外筒を再加熱してはすし複合セラミックス円筒を観察したところ第1図に示す形状のスリープは10本中1本または第4図に示す形状のスリープは10本中2本の中間筒に微小な割れが発生した。これは最内筒と中間筒との界面接着力が高くなかったことによるものと思われる。次に各形状のスリープについて5本、実施例1と同一の条件でダイカスト鋳造した。第1図に示す形状のスリープのものは100~250ショットで最内筒と中間筒の界面でそれを生じ、鋳造不能となった。このものについて製品側端面

を調べたところ中間筒の部分的剥離が全てのスリーブについて発生していた。また製品を切削加工したところ中間筒の剥離によると思われるハードスポットが観察され被削性の劣化することが判った。

また第4図に示す形状のスリーブは5,000ショット後、最内筒を再加熱してはずし、複合セラミックス円筒を観察したところ、中間筒に無数の微小な割れの発生があった。これは中間筒と最内筒のわずかなずれの繰返しによってショットによる衝撃が局部的にかかり、破壊に至ったものと考えられる。また中間筒に大きな割れの発生しているものが3本あったが、この大きな割れに対応する最外筒の箇所に微小割れが発生しており、これ以上の鋳造が不可能であることが判った。

#### (効 果)

以上述べたように本発明による射出成形スリーブはきわめて高溫からの嵌合が可能、即ち焼嵌めしろを大きくとることが可能であるから、鋳造中に焼嵌め界面が高溫になっても、複合セラミック

ス円筒をしめつけている応力が強く、鋳造中に複合セラミックスがずれることはない。また最内筒と中間筒の界面は統合されているから強力に結合し合い、鋳造中に最内筒がずれることなく、中間筒あるいは最内筒の割れが発生することなく、長期間にわたって連続の鋳造が可能である等の効果を有する。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図～第4図は実施例および比較例で用いた溶融金属の射出成形スリーブの縦断面図である。

1…射出スリーブ、2…最内筒、3…最内筒の裏唇部、4…最内筒から裏唇部を除いた部分、5…中間筒、6…複合セラミックス円筒、7…最外筒、8…溶融金属の供給口、9…取付フランジ、10…プランジャー、11…プランジャーチップ、12…ずれ防止フランジ。

特許出願人　日本軽金属株式会社

